

(19) 日本国特許庁 (J P)

(12) 公開特許公報 (A)

(11) 特許出願公開番号  
特開2000-44222  
(P2000-44222A)

(43) 公開日 平成12年2月15日 (2000.2.15)

(51) Int.Cl. <sup>7</sup>	識別記号	F I	テマコード* (参考)
C 0 1 B 31/30		C 0 1 B 31/30	3 C 0 4 6
B 2 3 B 27/14		B 2 3 B 27/14	B 4 G 0 4 6
C 0 1 G 35/00		C 0 1 G 35/00	Z 4 G 0 4 8

審査請求 未請求 請求項の数 2 O L (全 5 頁)

(21) 出願番号	特願平10-215704	(71) 出願人	000006183 三井金属鉱業株式会社 東京都品川区大崎1丁目11番1号
(22) 出願日	平成10年7月30日 (1998.7.30)	(72) 発明者	井 阪 浩 通 東京都中央区日本橋室町二丁目1番1号 三井金属鉱業株式会社内
		(72) 発明者	杉 本 司 東京都中央区日本橋室町二丁目1番1号 三井金属鉱業株式会社内
		(74) 代理人	100064285 弁理士 佐藤 一雄 (外2名)

最終頁に続く

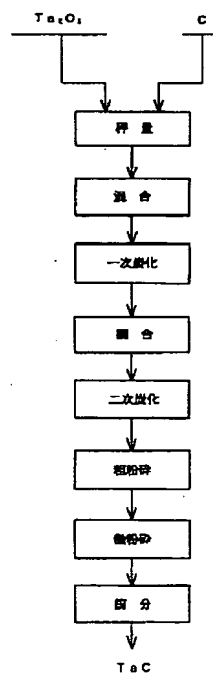
(54) 【発明の名称】 炭化タンタルの製造方法

(57) 【要約】

【課題】 低酸素でかつ低遊離カーボンの高品質の炭化タンタルを歩留り良く製造する方法を提供すること。

【解決手段】 (1) 酸化タンタルとカーボンを混合し、水素炉で所定の温度で一次炭化を行い、得られた炭化物の酸素と遊離カーボンの量を測定し、次いでこの測定結果に基づいてカーボン量を調整して一次炭化物に添加し、次いで真空炭化炉で所定の温度で二次炭化を行うことを特徴とする炭化タンタルの製造法。

(2) 一次炭化の処理温度が1400～1800℃、二次炭化の処理温度が1800～2000℃であることを特徴とする前記(1)の炭化タンタルの製造法。



## 【特許請求の範囲】

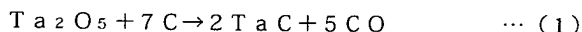
【請求項1】酸化タンタルとカーボンを混合し、水素炉で所定の温度で一次炭化を行い、得られた炭化物の遊離カーボンの量を測定し、次いでこの測定結果に基づいてカーボン量を調整して一次炭化物に添加し、次いで真空炭化炉で所定の温度で二次炭化を行うことを特徴とする炭化タンタルの製造法。

【請求項2】一次炭化の処理温度が1400～1800℃、二次炭化の処理温度が1800～2000℃であることを特徴とする請求項1に記載の炭化タンタルの製造法。

## 【発明の詳細な説明】

## 【0001】

【発明の属する技術分野】本発明は、バイト、チップ、\*



この炭化の方法には2つの方法があって、水素雰囲気中で炭化する水素炉法と、真空で行なう真空炉法とである。

【0004】水素炉法で用いられる水素炉は、図2に示すように、アルミナの炉心管にモリブデン線を巻き、これに電流を通して加熱する。炉心管は気密な鉄のケースに収められ、炉心管の周囲にアルミナ粉末が保温材として詰められている。原料はカーボンボートに入れられ、一方より逐次挿入し他方より押し出される。水素の流れはボートの流れと逆方向で、入口から排出される。

【0005】一方、真空炉法で用いられる真空炉は、図3に示すように、原料を黒鉛ルツボに入れ、ルツボの外側のコイルに高周波電流を流し、ルツボの表面に流れる誘導電流により加熱する。真空炉は真空ポンプに連結し、雰囲気を真空に保つと同時に発生するガスも排出する。

【0006】得られた炭化タンタルは、クラッシャーで粗砕し、さらにボールミルで粉砕して、微粒の炭化タンタルにする。

【0007】上記した従来の炭化タンタルの製造においては次のような問題点がある。すなわち、水素炉法では量産スケールにおいて炭化不十分であり、炭化タンタル中に残存する酸素や遊離カーボンが多い。また炭化反応では上記反応式(1)に示すようにCOガスが発生し、真空炉を使用した場合はこれにより粉末原料であるTa<sub>2</sub>O<sub>5</sub>が吹き上がり、操業が難しくなり、製造歩留りが悪くなる。

## 【0008】

【発明が解決しようとする課題】本発明の目的は、低酸素でかつ低遊離カーボンの高品質の炭化タンタルを歩留り良く製造する方法を提供することにある。

## 【0009】

【課題を解決するための手段】本発明者らは、炭化は不十分であるがガスの吹き上りのない水素炉法と、炭化は充分であるがガスの吹き上りのある真空炉法の各々の特

\*カッター、ドリル、ダイスなどの超硬切削工具材料の品質改善、性能向上のために利用される炭化タンタルの製造に関する。

## 【0002】

【従来の技術】炭化タンタル製造の原料としては、以前金属タンタル粉末が使用されたこともあったが、金属タンタル粉末が比較的高価なため、現在はタンタル酸化物が使用されている。

【0003】炭化タンタルの製法は、図1に示す通りであり、まず酸化タンタルとカーボンをボールミルで混合し、これをプレスで成形して小さな団鉱にする。次にこれを炭化炉に入れて1400～1800℃に加熱すれば、下記の反応式(1)により炭化タンタルができる。

長を活かして炭化タンタルを製造することに着目し、一次炭化は水素炉法、二次炭化は真空炉法で行うことにより本発明に至った。

【0010】本発明は、下記の事項をその特徴としている。

(1) 酸化タンタルとカーボンを混合し、水素炉で所定の温度で一次炭化を行い、得られた炭化物の酸素と遊離カーボンの量を測定し、次いでこの測定結果に基づいてカーボン量を調整して一次炭化物に添加し、次いで真空炭化炉で所定の温度で二次炭化を行うことを特徴とする炭化タンタルの製造法。

(2) 一次炭化の処理温度が1400～1800℃、二次炭化の処理温度が1800～2000℃であることを特徴とする前記(1)の炭化タンタルの製造法。

## 【0011】

【発明の実施の形態】本発明法による炭化タンタルは、秤量、混合、一次炭化、調合、二次炭化、粗粉碎、微粉碎および、篩分の各工程を経て製造される。秤量工程では、原料であるTa<sub>2</sub>O<sub>5</sub>およびCが各々所定量ずつ台秤等で秤量される。混合工程では、秤量済みのTa<sub>2</sub>O<sub>5</sub>とCがバーチカルミキサー等で均一に混るように混合される。

【0012】一次炭化工程では、混合された原料がボートに充填され、図2に示すような、水素雰囲気の水素炉に一定時間間隔で炉内に装入される。水素炉内にはボート装入口の他端の取出側より一定流量の水素ガスが吹込まれており、水素還元雰囲気に維持されている。炉内では1400～1800℃の温度範囲で、Ta<sub>2</sub>O<sub>5</sub>とCが反応し一次炭化が行われる。加熱温度が1400℃未満では一次炭化が不十分となり、炭化タンタル中の遊離カーボン、酸素量が多くなる。また、炉内温度が1800℃を超えることは、炉の構造、材質上から困難である。

【0013】調合工程では、一次炭化終了後の炭化タンタルのボート毎の品質を平均化させるために、ヘンセル

ミキサー等で攪拌混合される。攪拌混合品のサンプルが採取され、遊離カーボン、酸素量が分析測定される。反応に必要なカーボン量が不足する場合にはカーボンが補給添加され、攪拌混合される。

【0014】二次炭化工程では、調合工程を経た炭化タンタルがるつぽに充填され、図3に示すように、真空炭化炉に装入される。炉内は真空状態に維持され、1800℃～2000℃の温度に保持され、一次炭化工程で残留した遊離カーボンおよび酸素を低減させるために二次炭化が行われる。炉内温度が1800℃未満では炭化不十分で遊離カーボンおよび酸素の低減効果がうすく、2000℃超では炭化タンタル粉末の凝結が始まり、エネルギー的にも無駄となる。

【0015】粗粉碎工程では、二次炭化終了後の炭化タンタルがるつぽから取り出され、次工程の微粉碎工程で受入れ可能な大きさにジョークラッシャ等により、炭化タンタルの塊が粗粉碎される。微粉碎工程では、粗粉碎された炭化タンタルが、所望粒子径になるように、ボールミル等に装入され、微粉碎される。篩分工程では、微粉碎された炭化タンタルが振動篩等に供給され、所望粒径以上のものが分別除去される。

【0016】

【実施例】以下に、本発明を実施例と比較例によりさらに説明する。

#### 実施例1

Ta<sub>2</sub>O<sub>5</sub> 138Kg、C 26Kgを台秤で秤量後、パーティカルミキサーで5分間攪拌混合し、混合品をカーボン製ボードに充填(2Kg/本)し、3時間に2本の割合で抵抗加熱式水素炉に供給し、1650℃の温度で14時間滞留させ一次炭化を行った。

【0017】一次炭化終了品の分析値はT-C 6.4%、F-C 0.3%、O 0.8%であった。分析値より不足カーボン量を算定し、一次炭化物120Kgに対しカーボン120gを追加しヘンセルミキサーで攪拌調合し、調合品をカーボン製のるつぽに充填(100Kg/本)し、高周波誘導加熱式の真空炉に装入した。1950℃で5時間炉内に保持し、冷却後るつぽを取り出し、るつぽから取り出した炭化タンタルをジョークラッシャで2cm以下に粗粉碎後、20φ～50φの鉄ボール230Kgを充填した500φ×600Lのステンレス製ボールミルに100Kg装入し、20時間微粉碎を行った。その後150meshの振動篩で篩分けて150m

esh以下の製品118Kgを得た。

【0018】製品歩留は98%であった。炭化タンタルの製品品質は、T-C 6.25%、F-C 0.02%、O 0.25%であり、超硬工具用材料として求められている品質(F-C <0.2%、O <0.3%)を十分に満足していた。

#### 【0019】比較例1

Ta<sub>2</sub>O<sub>5</sub> 138Kg、C 26Kgを秤量後、パーティカルミキサーで攪拌混合し、カーボン製ボードに充填(2Kg/本)して水素雰囲気の水素炉で1650℃で28時間炭化処理を行い、得られた炭化タンタルをボールミルで粉碎し、150meshの振動篩で篩分けて炭化タンタル製品120Kgを得た。

【0020】製品歩留は98%、製品品質はF-C 0.25%、O 0.55%であり、超硬工具用材料として求められている品質規格から外れていた。

#### 【0021】比較例2

Ta<sub>2</sub>O<sub>5</sub> 138Kg、C 26Kgを秤量後、パーティカルミキサーで攪拌混合し、カーボン製のるつぽに充填(100Kg/本)して真空炭素炉で1950℃で15時間炭化処理を行った。炭化終了後炉内よりるつぽを取り出したが、炭化タンタルがるつぽ外に、一部流出し、炉内および真空ポンプ系へ飛散していた。るつぽより炭化タンタルを取り出し、ジョークラッシャで粗粉碎し、次いでボールミルで微粉碎し、150meshの振動篩で篩分けて製品105Kgを得た。

【0022】製品品質はF-C 0.2%、O 0.4%であり、超硬工具用材料として求められている品質規格のうち酸素の値がオーバーしており、製品歩留も90%と悪かった。

#### 【0023】

【発明の効果】本発明によれば、水素炉法による一次炭化および真空炉法による二次炭化を行うので、低酸素、低遊離カーボンの高品質の炭化タンタルを歩留り良く製造できる。

#### 【図面の簡単な説明】

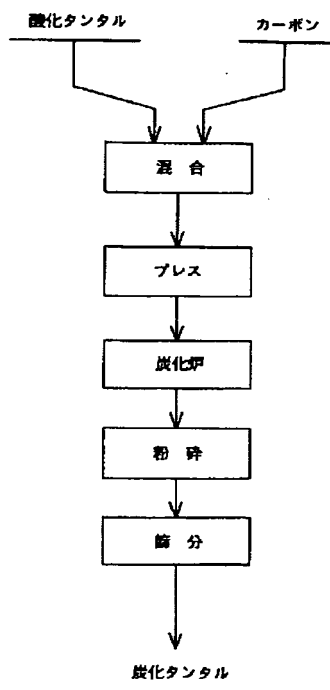
【図1】従来の炭化タンタルの製造工程図である。

【図2】水素炉の構造を説明する図である。

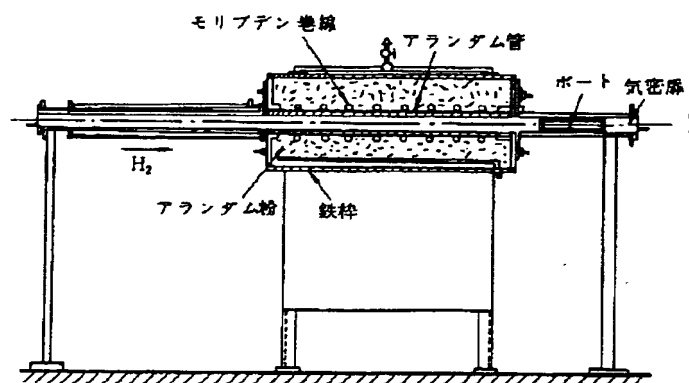
【図3】真空炭化炉の構造を説明する図である。

【図4】本発明法による炭化タンタルの製造工程図である。

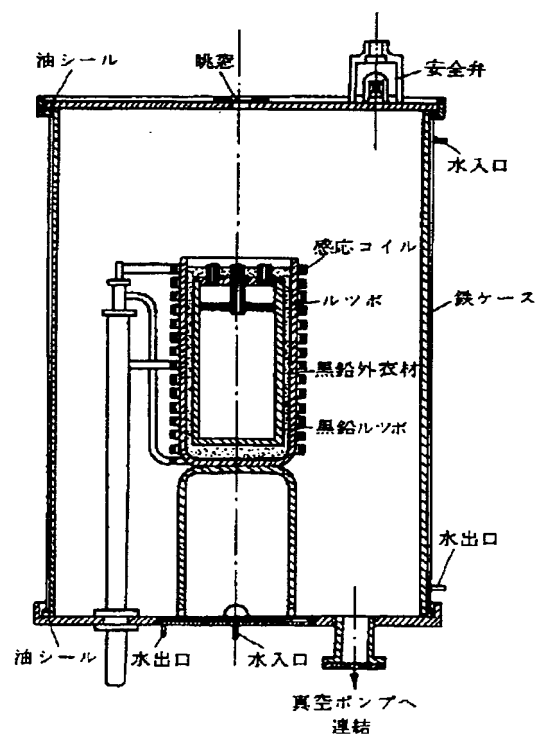
【図1】



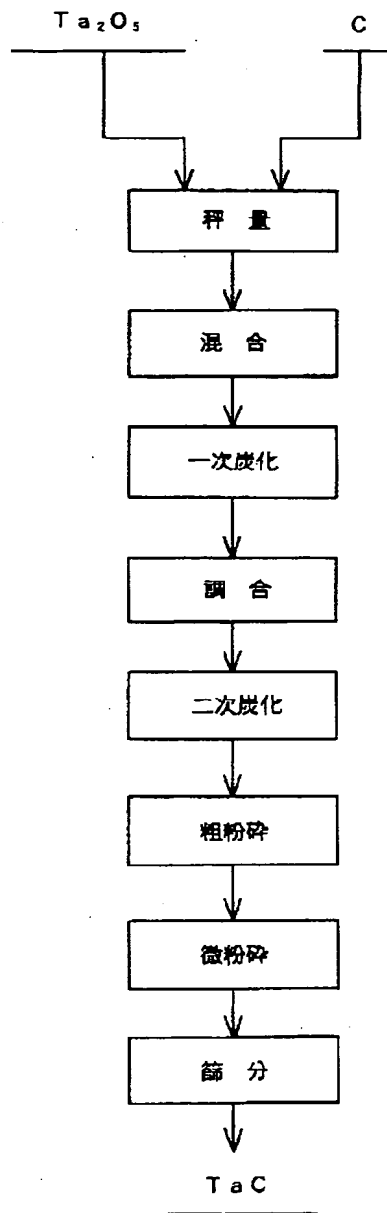
【図2】



【図3】



【図4】



フロントページの続き

Fターム(参考) 3C046 FF48 FF55  
4G046 MA06 MB02 MB09 MC01  
4G048 AA02 AA08 AB01 AC08 AD03  
AE05

**THIS PAGE BLANK (USPTO)**